

**PCT**

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Internationales Büro

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICH NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation <sup>6</sup> :	A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 99/54524
C23C 24/08		(43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 28. Oktober 1999 (28.10.99)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP98/02254  
 (22) Internationales Anmeldedatum: 17. April 1998 (17.04.98)

(71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten ausser US*): GKN SINTER METALS FILTERS GMBH, RADEVORMWALD [DE/DE]; Dahlienstrasse 43, D-42477 Radevormwald (DE).

(72) Erfinder; und  
 (75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): NEUMANN, Peter [DE/DE]; Marathonstrasse 7, D-42857 Remscheid (DE). KUHSTOSS, Andreas [DE/DE]; Nüdelshalbach 92, D-42855 Remscheid (DE).

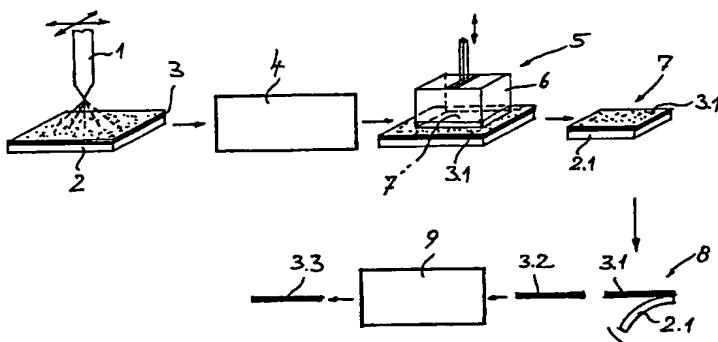
(74) Anwälte: MAXTON, Alfred usw.; Goltsteinstrasse 93, D-50968 Köln (DE).

(81) Bestimmungsstaaten: DE, JP, KR, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).

Veröffentlicht  
*Mit internationalem Recherchenbericht.*

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING AN OPENLY POROUS SINTERED METAL FILM

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINER GESENTERTEN METALLSCHICHT MIT OFFENER POROSITÄT



(57) Abstract

A method for producing a thin openly porous metal film from a metal powder that can be sintered. The metal powder is suspended in a carrier fluid with a specific size distribution of particles, the suspension is applied to a supporting material in at least one thin film and dried, and the green layer thus formed is sintered. The thickness of the layer formed by suspension thus applied corresponds at least to the thickness (s) of the metal film to be produced after sintering, whereby (s) is at least three times the value of diameter (D) of the powder particles, D=1-50 µm and the maximum thickness of the finished metal film is 500 µm.

(57) Zusammenfassung

Verfahren zur Herstellung einer dünnen Metallschicht mit offener Porosität aus einem sinterfähigen Metallpulver, bei dem das Metallpulver mit einer vorgegebenen Größenverteilung der Pulverteilchen in einer Trägerflüssigkeit suspendiert wird, die Suspension in wenigstens einer dünnen Schicht auf einen Trägerkörper aufgebracht, getrocknet und die so gebildete Grünschicht gesintert wird, wobei die Schichtdicke der aufgetragenen Suspension mindestens der Dicke (s) der zu erzeugenden Metallschicht nach der Sinterung entspricht, wobei (s) mindestens dem 3-fachen Durchmesser (D) der Pulverteilchen entspricht, mit  $D = 1 \mu\text{m}$  bis  $50 \mu\text{m}$ , wobei die Schichtdicke der fertigen Metallschicht maximal  $500 \mu\text{m}$  beträgt.

**LEDIGLICH ZUR INFORMATION**

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		

**Bezeichnung** Verfahren zur Herstellung einer gesinterten Metallschicht mit offener Porosität

## 5 Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer dünnen Metallschicht mit offener Porosität aus einem sinterfähigen Metallpulver.

10 In der Technik werden für die vielfältigsten Anwendungszwecke  
poröse Körper benötigt, die von einem strömenden Medium  
durchströmt werden, wobei entweder reaktive Vorgänge unter-  
stützt werden sollen oder aber im strömungsfähigen Medium  
15 enthaltene Feststoffteilchen zurückgehalten, d. h. ausgefil-  
tert werden sollen. Filterkörper aus keramischem Material  
müssen wegen der Bruchgefahr relativ dick ausgebildet wer-  
den. Auch Filterkörper aus gepreßten und gesinterten Metall-  
pulvern sind aus herstellungstechnischen Gründen verhältnis-  
20 mößig dick. Wegen der nicht zu vermindernden Dicke treten,  
besonders bei feinporigem Material, entsprechend große Strö-  
mungswiderstände auf. Der Verwendung von Kunststoffen als  
Filtermaterial sind Grenzen gesetzt durch die geringere Fe-  
stigkeit und die geringe Temperaturbeständigkeit. Eine Ver-  
wendung von metallischen Werkstoffen als poröse Schicht ist  
25 bekannt in Form von aus Metallfasern hergestell-ten Geweben  
oder Vliesen.

Bei einer derartigen, von einem Medium durchströmten porösen Schicht besteht das Bedürfnis, unerwünschte Strömungswiderstände zu minimieren, so daß möglichst dünne Schichtdicken anzustreben sind. Aus metallischem Gewebe oder Vlies lassen sich zwar entsprechend dünne Schichten, beispielsweise in einer Dicke von etwa  $100\mu\text{m}$ , herstellen. Diese sind jedoch wenig formstabil, weisen verhältnismäßig große Poren und hinsichtlich der Porosität große Toleranzen auf. Da zur Herstellung derartiger Gewebe und Vliese entsprechend dünne und daher

auch teure Drähte verwendet werden müssen, sind die hieraus hergestellten Gewebe und Vliese entsprechend teuer.

Aus EP-B-0 525 325 ist ein Verfahren zum Herstellen von porösen, metallischen Sinterwerkstücken bekannt, bei dem zunächst ein Metallpulver in einer Trägerflüssigkeit suspendiert wird, die aus einem in einem Lösungsmittel aufgelösten Binder besteht und die so eingestellt ist, daß die Suspension gießfähig ist. Diese Suspension wird in eine Form gegossen. Anschließend wird das Lösungsmittel abgedampft, so daß durch den verbleibenden Binder das Metallpulver in der durch die Form vorgegebenen Geometrie verfestigt wird und einen handhabbaren Grünkörper bildet. Nach dem Trennen aus der Form wird der Grünkörper in üblicher Weise gesintert. Dieses vorbekannte Verfahren ist vorzugsweise zur Herstellung von verhältnismäßig dickwandigen Sinterteilen vorgesehen, die sich aufgrund ihrer Geometrie besser durch einen Gießvorgang als im herkömmlichen Verfahren durch ein Pressen eines Metallpulvers in eine Form herstellen lassen. Dünnschichtige, offene, poröse Teile lassen sich mit diesem Verfahren nicht herstellen.

Der Erfindung liegt nun die Aufgabe zugrunde, das vorbekannte Verfahren so zu verbessern, daß auch dünne, poröse, und sofern erforderlich, auch selbsttragende Metallschichten hergestellt werden können.

Diese Aufgabe wird nach dem erfindungsgemäßigen Verfahren dadurch gelöst, daß das Metallpulver mit einer vorgegebenen Größenverteilung der Pulverteilchen in einer Trägerflüssigkeit suspendiert wird, daß die Suspension in wenigstens einer dünnen Schicht auf einen Trägerkörper aufgebracht, getrocknet und die so gebildete Grünschicht gesintert wird, wobei die Schichtdicke der aufgetragenen Suspension mindestens der Dicke  $s$  der zu erzeugenden Metallschicht nach der Sinterung entspricht, wobei  $s$  mindestens dem 3-fachen Durchmesser  $D$  der Pulverteilchen entspricht, mit  $D = 1\mu\text{m}$  bis  $50\mu\text{m}$ , wobei die Schichtdicke der fertigen Metallschicht maximal  $500\mu\text{m}$  be-

trägt. Hierbei wird mit Vorteil ausgenutzt, daß sich beim Sintern die einzelnen Pulverteilchen zwar fest miteinander verbinden, jedoch zwischen den Pulverteilchen Freiräume verbleiben, die in bezug auf die Dicke der Metallschicht eine 5 offene Porosität ergeben, so daß die Metallschicht für strömende Medien durchlässig wird. Die Größe der Porosität kann über die Teilchengröße des eingesetzten Metallpulvers beeinflußt werden, so daß sich sehr dünne poröse Metallschichten mit vorgebbarer Porengröße herstellen lassen. Da bei der Herstellung 10 Inhomogenitäten und Hohlräume auftreten können, muß die Schichtdicke mindestens dem 3-fachen Durchmesser D der Pulverteilchen entsprechen. Durch das genannte Verhältnis zwischen der Schichtdicke s und dem Teilchendurchmesser D ist sichergestellt, daß immer mehrere "Lagen" von Pulverteilchen 15 übereinander angeordnet sind und durchgehende "Löcher", die größer als die gewünschte Porosität sind, vermieden werden. Hierbei ist es besonders zweckmäßig, wenn die Schichtdicke s dem 5- bis 15-fachen, vorzugsweise 10- bis 15-fachen des Durchmessers D der Pulverteilchen beträgt. "Durchgehende Löcher" können hierdurch vermieden werden.

Unter Durchmesser D ist jeweils der mittlere Teilchendurchmesser des eingesetzten Metallpulvers zu verstehen. Metallpulver im Sinne der Erfindung sind nicht nur Pulver aus reinen Metallen, sondern auch Pulver aus Metallegierungen 25 und/oder Pulvermischungen aus unterschiedlichen Metallen und Metallegierungen zu verstehen. Dazu gehören insbesondere Stähle, vorzugsweise Chrom-Nickel-Stähle, Bronzen, Nickelbasislegierungen wie Hastalloy, Inconel oder dergleichen, wo- 30 bei Pulvermischungen auch hochschmelzende Bestandteile enthalten können, wie beispielsweise Platin oder dergleichen. Das zu verwendende Metallpulver und seine Teilchengröße ist vom jeweiligen Einsatzzweck abhängig.

35 Die über die Trägerflüssigkeit einzustellende Konsistenz der Suspension richtet sich im wesentlichen danach, wie die Suspension auf den Trägerkörper aufgetragen wird. Bei einem Gießen, gegebenenfalls mit nachfolgendem Abstreichen eines Über-

schusses von der gegossenen Suspensionsschicht, kann die Suspension in einer etwas dickflüssigen Konsistenz eingestellt werden. Bei einem sogenannten Foliengießen oder einem Aufsprühen muß eine dünnflüssige Konsistenz vorgegeben werden.

5 Um den Trägerkörper mit der aufgebrachten Grünschicht nach dem Trocknen handhaben zu können, ist es auch hier zweckmäßig, daß die Trägerflüssigkeit durch einen mit einem verdampfbareren Lösungsmittel verflüssigten Binder gebildet wird. Hierdurch ist sichergestellt, daß auch die Grünschicht infolge der Haftung der einzelnen Pulverteilchen untereinander über den Binder eine ausreichende Festigkeit aufweist.

15 In besonders zweckmäßiger Ausgestaltung ist es vorgesehen, daß die Suspension in mehreren dünnen Teilschichten nacheinander auf den Trägerkörper aufgebracht wird. Hierbei können die einzelnen Teilschichten jeweils aus einer identischen Suspension aufgebaut werden. Es ist in einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung aber auch möglich, für die einzelnen Teilschichten jeweils Suspensionen mit unterschiedlichen Größenverteilungen für das verwendete Metallpulver und/oder unterschiedlichen Metallpulvern zu verwenden. Dies erlaubt es beispielsweise, einerseits Metallpulver zu verwenden, die der fertiggesinterten Metallschicht eine besonders gute Porosität geben, andererseits ist es auch möglich, wenigstens eine Metallschicht herzustellen, die in ihrer Metallzusammensetzung für den Anwendungszweck besonders günstige Eigenschaften aufweist, beispielsweise katalytische Eigenschaften besitzt.

30 Zweckmäßig ist es, wenn die jeweils aufgebrachte Teilschicht vor dem Aufbringen der nächsten Teilschicht zumindest ange trocknet wird. Hierdurch ist sichergestellt, daß die zunächst aufgebrachte Teilschicht genügend verfestigt ist, so daß sie durch das Aufbringverfahren, beispielsweise durch ein Auf sprühen der nächsten Teilschicht, nicht deformiert wird. Andererseits ist durch den verbleibenden Lösungsmittelanteil in der zuvor aufgetragenen, angetrockneten Teilschicht sicherge-

stellt, daß auch die nächstfolgende Teilschicht zuverlässig und mit gleicher Packungsdichte angebunden wird und die fertige Grünschicht die gewünschte Festigkeit aufweist.

5 In einer anderen Ausgestaltung der Erfindung ist vorgesehen, daß die jeweilige Teilschicht vor dem Aufbringen der nächsten Teilschicht gesintert wird. Dieses Verfahren ist insbesondere dann vorteilhaft, wenn bei einem mehrschichtigen Aufbau aus unterschiedliche Metallpulver eingesetzt werden, die stark divergierende Sintertemperaturen benötigen. Dadurch ist es möglich, daß zunächst die Teilschicht auf dem Trägerkörper aufgebracht wird, die das Metallpulver mit der höchsten Sintertemperatur enthält, und nach dem Sintern der ersten Metallschicht in entsprechender Reihenfolge die nächstfolgenden Teilschichten mit den jeweils niedrigeren Sintertemperaturen aufgebracht und gesintert werden können. Dies hat den Vorteil, daß durch die einzelnen Sinterschritte die gewünschte Porosität der einzelnen Teilschichten erhalten bleibt, die verloren ginge, wenn man die Suspension mit einer derartig heterogenen Pulvermischung in einer Schicht auftragen und in einem Schritt sintern würde. Hierbei würden aufgrund der notwendigen hohen Sintertemperaturen für nur einen Anteil im Pulvergemisch die übrigen, niedrig sinternden Pulveranteile dichtsintern, so daß die Porosität weitgehend verloren ginge.

25 In einer bevorzugten Ausgestaltung der Erfindung ist vorgesehen, daß die Suspension als Schicht auf einen ebenen, biegsamen Trägerkörper aufgebracht und nach dem Trocknen als Grünschicht von dem Trägerkörper getrennt und gesondert zu einem membranartigen, porösen Fertigteil gesintert wird. Der Vorteil dieses Verfahrens besteht darin, daß zunächst eine verhältnismäßig großflächige Grünschicht hergestellt werden kann, aus der nach dem Trocknen durch Stanzen oder Schneiden Teilstücke von Folie und Grünschicht in der gewünschten Formgebung hergestellt werden können. Bei diesen Teilstücken wird die Grünschicht von dem Trägerkörper abgezogen und anschließend als selbständiger Teil gesintert. Als Träger können hierbei Kunststoff oder Metallfolien verwendet werden. Der

30

35

Trägerkörper wird vor dem Aufbringen der Suspension zweckmäßig-  
igerweise mit einem Trennmittel beschichtet.

In einer besonders vorteilhaften anderen Ausgestaltung der  
5 Erfindung ist vorgesehen, daß die Suspension als Schicht auf  
einen hochtemperaturfesten, vorzugsweise ebenen Trägerkörper  
aufgebracht wird, auf diesem getrocknet, gesintert und an-  
schließend als membranartiges, poröses, metallisches Fertig-  
teil vom Trägerkörper abgenommen wird. Als Trägerkörper ver-  
wendet man ein Material, das beim Sintern keine Verbindung  
10 mit der auf dem Trägerkörper befindlichen Grünschicht ein-  
geht, wie dies beispielsweise bei keramischen Materialien der  
Fall ist, bietet dieses Verfahren die Möglichkeit, membranar-  
tige metallische poröse Fertigteile industriell mit einem ge-  
ringen Anteil an Handarbeit bei weitgehender Automatisierung  
15 zu fertigen. Der besondere Vorteil liegt hierbei darin, daß  
die trockene, noch empfindliche Grünschicht zur Durchführung  
des Sinterverfahrens nicht vom Trägerkörper abgehoben und  
hierbei gehandhabt werden muß, sondern daß sie erst nach dem  
20 Sintern abgenommen wird. Hierdurch wird der Ausschuß redu-  
ziert und ferner die Möglichkeit gegeben, für die Trägerflüs-  
sigkeit zur Bildung der Suspension einen geringeren Binderan-  
teil vorzusehen, da nur soviel Binder zuzufügen ist, um eine  
25 sichere Handhabung des Trägerkörpers nach dem Aufspritzen der  
Schicht bis zur Einführung in den Sinterofen zu gewährlei-  
sten.

Auch bei diesem Verfahren kann die Suspension durch Gießen  
oder Sprühen auf den Trägerkörper aufgebracht werden. Um ein  
30 Schneiden oder Stanzen der Grünschicht mit dem Trägerkörper  
oder der fertigen porösen Metallmembran zu vermeiden, ist es  
zweckmäßig, wenn in Ausgestaltung der Erfindung vor dem Auf-  
bringen der Suspension auf den Trägerkörper eine Konturmaske  
35 aufgelegt wird. Hierdurch ist es möglich, die Suspension auf  
den Träger bereits in der vorgesehenen Endkontur aufzubrin-  
gen, so daß ein nachfolgender Schneidvorgang entfällt. Ein  
weiterer Vorteil der Verwendung einer Konturmaske besteht  
darin, daß die insbesondere durch einen Sprühvorgang aufge-

brachte Suspension auch in dem durch die Konturmaske begrenzten Randbereich die vorgegebene Schichtdicke aufweist. Es besteht sogar die Möglichkeit, durch einen entsprechenden zusätzlichen Sprühlauf, bei dem

5 in einem Überlauf nur der Randbereich mit Suspension besprührt wird, der fertigen porösen Membran im Randbereich eine etwas größere Dicke zu geben, so daß hier eine bessere Formsteifigkeit und ein genügendes Verformungsvolumen vorhanden ist, wenn beispielsweise eine derartige poröse Membran randseitig eingespannt werden soll.

10

Bei Anwendung des vorstehend erläuterten erfindungsgemäßen Verfahrens zur Herstellung derartiger gesinterter Metallschichten in Form einer dünnen, porösen Membran, die an die Stelle von Geweben oder Vliesen eingesetzt werden kann, hat es sich überraschend gezeigt, daß die fertiggesinterte Membran duktil, mechanisch stabil und innerhalb gewisser Grenzen auch elastisch ist, wobei hier der besondere Vorteil gegeben ist, daß eine derartige Membran mit einer mit engen Toleranzen definierten Porosität und geringem Strömungswiderstand hergestellt werden kann, wobei die Porosität im wesentlichen durch die Vorgabe der Teilchengröße und der Strömungswiderstand durch die Dicke und die Teilchengröße der gesinterten Metallschicht bestimmt wird. Durch die Auswahl der einzusetzenden Metalle, Metallegierungen und/oder der Metallpulvermischungen für das Metallpulver läßt sich praktisch jede Anforderung hinsichtlich mechanischer, thermischer und/oder chemischer Widerstandsfähigkeit erfüllen.

30 In vorteilhafter weiterer Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist ferner vorgesehen, daß die fertiggesinterte poröse Membran durch Walzen kalibriert wird. Durch diese Maßnahme läßt sich eine definierte Dicke einstellen und die Oberfläche glatten. Ferner läßt sich die Porengröße in der Metallschicht definieren verkleinern, da bei der geringen Dicke nicht nur die Oberflächenbereiche, sondern die Metallschicht insgesamt "durchverformt" wird. Damit ist aber auch die Möglichkeit gegeben, die Membran zunächst mit einer etwas

größeren Dicke und einem etwas größerem und damit preisgünstigerem Metallpulver herzustellen und danach durch den Walzvorgang die Porengröße reproduzierbar zu verkleinern.

5 Sofern der Trägerkörper zugleich auch Bestandteil des Fertigteils ist und dementsprechend die Metallschicht fest mit diesem verbunden sein soll, ist in einer anderen Ausgestaltung vorgesehen, daß die Suspension auf wenigstens eine Fläche eines metallischen Trägerkörpers aufgebracht, getrocknet und die Grünschicht anschließend auf den Trägerkörper fest aufgesintert wird. Der Trägerkörper kann hierbei seinerseits ein 10 Sinterformteil, auch ein poröses Sinterformteil mit größerer Porenstruktur sein. Die Suspension kann wiederum durch Dünnenschichtgießen, Sprühen oder Tauchen auf die Oberfläche des Trägerkörpers aufgebracht werden. Die Metallschicht kann je 15 nach Verwendungszweck auf der Außenwandung und/oder der Innenwandung aufgebracht werden.

Wird der metallische Trägerkörper durch einen rohrförmigen Trägerkörper gebildet, dann ist in Ausgestaltung des erfundungsgemäßen Verfahrens vorgesehen, daß beim Auftragen der Suspension und zumindest während eines Teils der Trockenzeit der Trägerkörper um die Rohrachse gedreht wird. Hierdurch ist gewährleistet, daß die Schichtdicke bis zur Verfestigung der Suspension als Grünschicht auf dem Trägerkörper erhalten 20 bleibt. Hierbei ist es zweckmäßig, insbesondere beim Dünnenschichtgießen und beim Sprühen, wenn der Suspensionsaustritt 25 zusätzlich zur Rotation gegenüber der Oberfläche definiert bewegt wird.

30 Als Fertigteil hergestellte poröse Membranen oder auf einen porösen Trägerkörper aufgebrachte poröse Metallschichten eignen sich insbesondere zur Verwendung als Filter und bei entsprechender Einstellung der Porosität der Metallschicht auch als Mikrofilter. Bei undurchlässigen Trägerkörpern kann ein 35 derartiges Bauteil bei entsprechender Zusammensetzung hinsichtlich der verwendeten Metallpulver und bei entsprechender Porosität auch als Katalysatoren eingesetzt werden.

Nachfolgend wird das erfindungsgemäße Verfahren anhand von schematischen Flußdiagrammen näher erläutert für den Einsatzfall der Herstellung dünner, poröser Metallschichten, die als eigenständiges Teil verwendbar sind. Es zeigen:

5

Fig. 1 einen Verfahrensablauf, bei dem das Teil durch einen Stanzschritt geformt wird,

10

Fig. 2 einen Verfahrensablauf, bei dem das Teil durch einen Spritzvorgang geformt und eigenständig gesintert wird,

15

Fig. 3 einen Verfahrensablauf, bei dem das Teil durch einen Spritzvorgang geformt und mit Hilfe eines Trägerkörpers gesintert wird.

20

Bei dem in Fig. 1 dargestellten Verfahren wird eine aus einem sinterfähigen Metallpulver und einer Trägerflüssigkeit gebildete Suspension mit Hilfe eines Sprüh- oder Gießkopfes 1 auf einen Trägerkörper 2 in Form eines größeren Folienabschnitts aus einer Kunststofffolie oder Metallfolie als dünne Schicht 3 aufgebracht wird. Der mit einer dünnen Suspensions- schicht 3 beschichtete Trägerkörper 2 wird hierbei durch einen größeren Folienabschnitt anschließend in eine Trocknungs- einrichtung 4 geführt, in der unter Wärmeeinwirkung die Trägerflüssigkeit, beispielsweise Ethanol oder Isopropanol abgedampft wird. Ein etwa in der Trägerflüssigkeit gelöster Binder verbleibt zur Erhöhung der Grünfestigkeit in der dünnen Schicht.

30

Der so getrocknete und nunmehr mit einer festen Grünschicht 3.1 versehene Folienabschnitt wird anschließend einer Stanz- einrichtung 5 zugeführt, in der mit Hilfe eines Stanzmessers 6 ein Teil 7 in der gewünschten Außenkontur zusammen mit dem als Trägerkörper 2 anhaftenden Folienteil ausgestanzt wird. Zur Vereinfachung ist hier nur das Ausstanzen eines Teils 7 dargestellt. Es besteht hierbei jedoch die Möglichkeit, in einem oder in aufeinanderfolgenden Stanzschritten mehrere

Teile 7 aus dem mit der Grünschicht versehenen Folienabschnitt auszustanzen.

In einem anschließenden Trennschritt 8 wird der mit ausgestanzte Teil 2.1 der Trägerfolie von der Grünschicht 3.1 abgezogen, die dann als Grünling 3.2 in einen Sinterofen 9 eingebbracht und dort unter den für die jeweilige Pulverzusammensetzung vorzugebenden Bedingungen gesintert wird. Aus dem Sinterofen 9 kann dann das fertige Teil 3.3 in Form einer festen, dünnen Metallschicht mit offener Porosität herausgenommen werden.

Bei dem Verfahren gemäß Fig. 2 wird auf einen biegsamen, im übrigen jedoch formstabilen Trägerkörper 2.2, beispielsweise aus einem Silikonkautschuk, eine Maske 10 aufgelegt, die mit einem Ausschnitt 11 versehen ist, der der gewünschten Endkontur des herzustellenden porösen Metallschichteils entspricht. Anschließend wird - wie anhand von Fig. 1 beschrieben - der mit einer entsprechenden Maske versehene Trägerkörper 2.2 mit Hilfe eines Sprüh- oder Gießkopfes 1 mit der Metallsuspension besprüht, so daß auf dem Trägerkörper 2.2 der durch den Ausschnitt 11 der Maske 10 begrenzte Bereich eine entsprechende, dünne Suspensionsschicht 3 aufgebracht ist. Auch hier kann bei entsprechender Flächengröße des Trägerkörpers 2.2 die Maske 10 mit einer entsprechenden Vielzahl von Ausschnitten 11 versehen sein.

In einem nächsten Schritt wird die Maske 10 abgenommen, so daß der Trägerkörper 2.2 mit der darauf verbleibenden, dünnen Suspensionsschicht 3 in den Trockenofen 4 eingeführt werden kann, in dem die Trägerflüssigkeit abgedampft wird.

In einem anschließenden Trennschritt 8 wird vom Trägerkörper 2.2 die Grünschicht 3 abgenommen, was hier schematisch durch ein Biegen des Trägerkörpers 2.2 am Rande einer Schneide 12 angedeutet ist, so daß anschließend der vereinzelte Grünling wiederum im Sinterofen 9 gesintert wird. Aus dem Sinterofen 9 kann dann das fertige Teil 3.3 in Form einer festen, dünnen

Metallschicht mit offener Porosität herausgenommen werden. Bei dieser Verfahrensweise entfällt der Stanzschritt 5, da durch die Maske 10 mit ihrem Auschnitt 11 die geforderte Kon-  
5 tur bereits vorhanden ist. Der Trägerkörper bleibt erhalten und kann wieder verwendet werden.

Das in Fig. 3 schematisch dargestellte Verfahren entspricht in seinem Ablauf bis zum Verfahrensschritt der Trocknung im Trockenofen 4 dem anhand von Fig. 2 beschriebenen Verfahren,  
10 so daß auf die voraufgegangene Beschreibung verwiesen werden kann. Der Unterschied besteht hierbei lediglich darin, das der Trägerkörper 2.2 aus einem hochtemperaturfesten Material besteht, der beim Sintern keine Verbindung mit der auf dem Trägerkörper befindlichen Grünschicht 3 eingeht, wie dies  
15 beispielsweise bei einem keramischen Material der Fall ist.

Im Unterschied zum Verfahren gemäß Fig. 2 wird der Trägerkörper 2.2 mit dem darauf befindlichen Grünling 3.2 in den Sinterofen 9 eingeführt und auch zusammen mit dem Trägerkörper  
20 2.2 aus dem Sinterofen 9 wieder entnommen. Erst das fertig gesinterte, poröse Metallschichtteil 3.3. wird dann vom Trägerkörper 2.2 abgenommen.

Bei allen Verfahren ist es möglich, durch mehrere Sprüh- bzw.  
25 Gießüberläufe mit unterschiedlich strukturierten Suspensionen einen mehrschichtigen Aufbau für das herzustellende Metallschichtteil zu verwirklichen.

Das anhand von Fig. 3 beschriebene Verfahren bietet darüber hinaus noch den Vorteil, daß zunächst nur eine Schicht auf den temperaturfesten Trägerkörper 2.2 aufgebracht und auf dem Trägerkörper fertig gesintert wird. Anschließend wird auf die fertig gesinterte, noch auf dem Trägerkörper 2.2 befindliche poröse Metallschicht, eine weitere Schicht aus einer gegebenenfalls anders zusammengesetzten Suspension aufgebracht, die dann - wie vorbeschrieben - getrocknet und gesintert wird. Durch den Sintervorgang ergibt sich ein fester Verbund zwischen der ersten und der zweiten sowie jeder weiteren, in

dieser Weise aufgebrachten Metallschicht. Der Vorteil besteht hierbei darin, daß die zweite und auch jede weitere noch aufzubringende Metallschicht im Hinblick auf ihre andere Zusammensetzung auch unter anderen Temperaturbedingungen gesintert werden kann. So ist es beispielsweise möglich, in einer ersten Schicht eine Metallpulverzusammensetzung mit hoher Sintertemperatur als poröse Schicht zu sintern und anschließend in der zweiten und jeder weiteren Schicht Metallpulverzusammensetzungen als poröse Schicht aufzusintern, die aufgrund ihrer Zusammensetzungen jeweils bei niedrigeren Temperaturen gesintert werden müssen. Hierdurch ist gewährleistet, daß durch jeweils angepaßte Sinterbedingungen die gewünschte Porosität der einzelnen Schichten erhalten bleibt.

Durch die in den Verfahren gemäß Fig. 2 und 3 verwendeten Konturmasken ist auch die Möglichkeit gegeben, bei einem Aufbringen der Suspension im Sprühverfahren jeweils nach dem Bilden der Hauptschicht noch zusätzliche Überläufe im Randbereich durchzuführen, um so ein poröses Metallschichtteil mit verstärktem Rand herzustellen.

**Ansprüche**

1. Verfahren zur Herstellung einer dünnen Metallschicht mit offener Porosität aus einem sinterfähigen Metallpulver, da-  
5 durch gekennzeichnet, daß das Metallpulver mit einer vorgege-  
benen Größenverteilung der Pulverteilchen in einer Träger-  
flüssigkeit suspendiert wird, daß die Suspension in wenig-  
stens einer dünnen Schicht auf einen Trägerkörper aufge-  
bracht, getrocknet und die so gebildete Grünschicht gesin-  
tert wird, wobei die Schichtdicke der aufgetragenen Suspensi-  
10 on mindestens der Dicke  $s$  der zu erzeugenden Metallschicht  
nach der Sinterung entspricht, wobei  $s$  mindestens dem 3-  
fachen Durchmesser  $D$  der Pulverteilchen entspricht, mit  $D =$   
 $1\mu\text{m}$  bis  $50\mu\text{m}$ , wobei die Schichtdicke der fertigen Metall-  
15 schicht maximal  $500\mu\text{m}$  beträgt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Trägerflüssigkeit durch einen mit einem verdampfbaren Lö-  
sungsmittel verflüssigten Binder gebildet wird.
- 20 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet,  
daß die Suspension in mehreren Teilschichten nacheinander auf  
den Trägerkörper aufgebracht wird.
- 25 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch ge-  
kennzeichnet, daß für die einzelnen Teilschichten jeweils  
Suspensionen mit unterschiedlichen Größenverteilungen  
und/oder unterschiedlichen Metallen verwendet werden.
- 30 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch ge-  
kennzeichnet, daß die jeweilige Teilschicht vor dem Aufbrin-  
gen der nächsten Teilschicht zumindest angetrocknet wird.
- 35 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch ge-  
kennzeichnet, daß die jeweilige Teilschicht vor dem Aufbrin-  
gen der nächsten Teilschicht gesintert wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Suspension als Schicht auf einen ebenen, biegsamen Trägerkörper aufgebracht und nach dem Trocknen als Grünschicht von dem Trägerkörper getrennt und gesondert  
5 zu einem membranartigen porösen Fertigteil gesintert wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Suspension als Schicht auf einen hochtemperaturfesten, vorzugsweise ebenen, Trägerkörper aufgebracht wird, auf diesem getrocknet und gesintert und anschließend als membranartiges, poröses, metallisches Fertigteil vom Trägerkörper abgenommen wird.  
10

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß auf den Trägerkörper vor dem Aufbringen der Suspension eine Konturmaske aufgelegt wird.  
15

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Suspension auf wenigstens eine der Wandungen eines rohrörmigen metallischen Trägerkörpers aufgebracht, getrocknet und die so gebildete Grünschicht anschließend auf den Trägerkörper fest aufgesintert wird.  
20

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß der rohrförmige Trägerkörper beim Auftragen der Suspension und zumindest während eines Teils der Trocknungszeit um die Rohrachse gedreht wird.  
25

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Suspension durch Dünnschichtgießen, Sprühen oder Tauchen auf den Trägerkörper aufgebracht wird.  
30

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß beim Auftragen der Suspension der Suspensionsaustritt relativ zum Trägerkörper bewegt wird.  
35

14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die fertig gesinterte poröse Membran durch Walzen kalibriert wird.

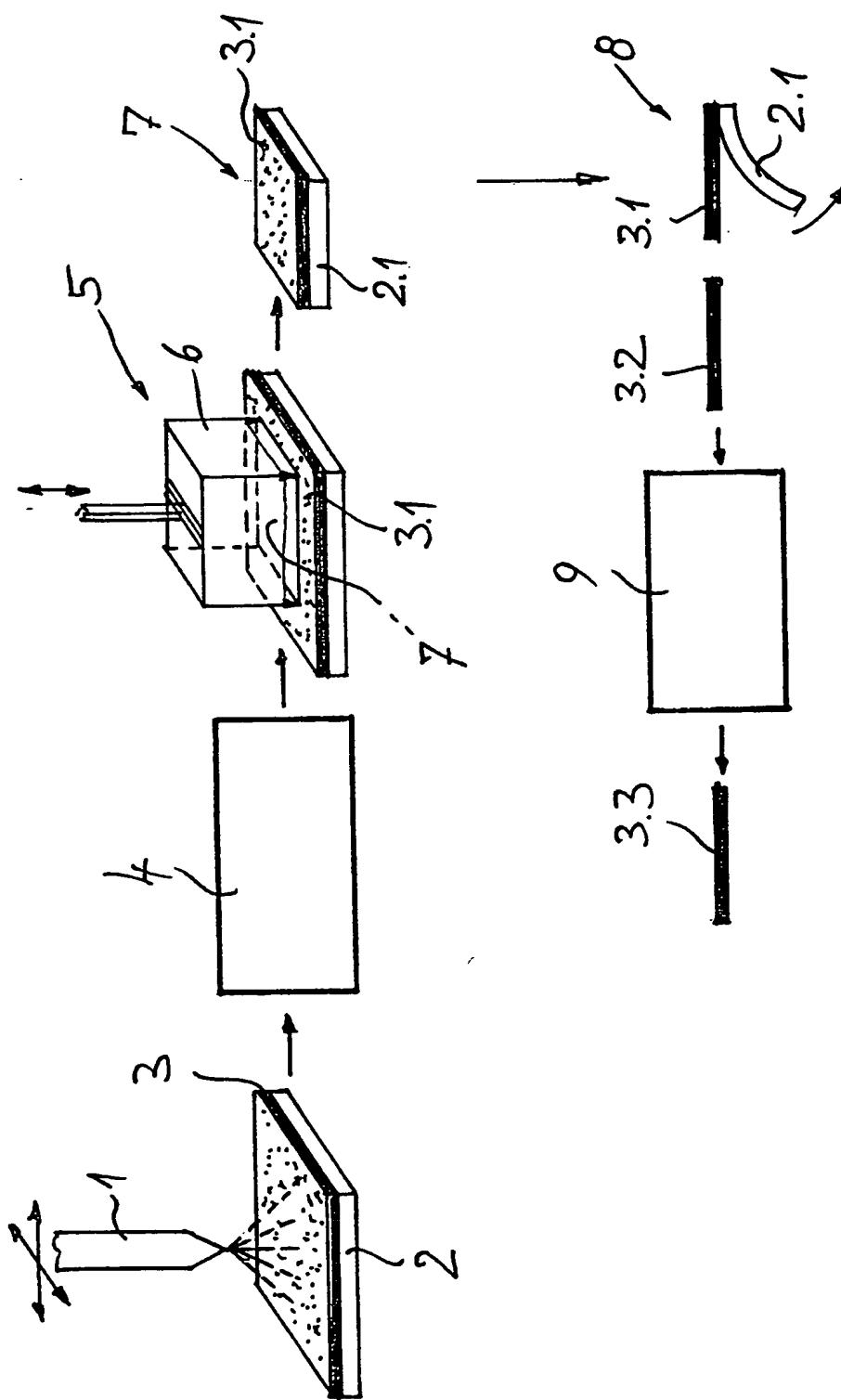
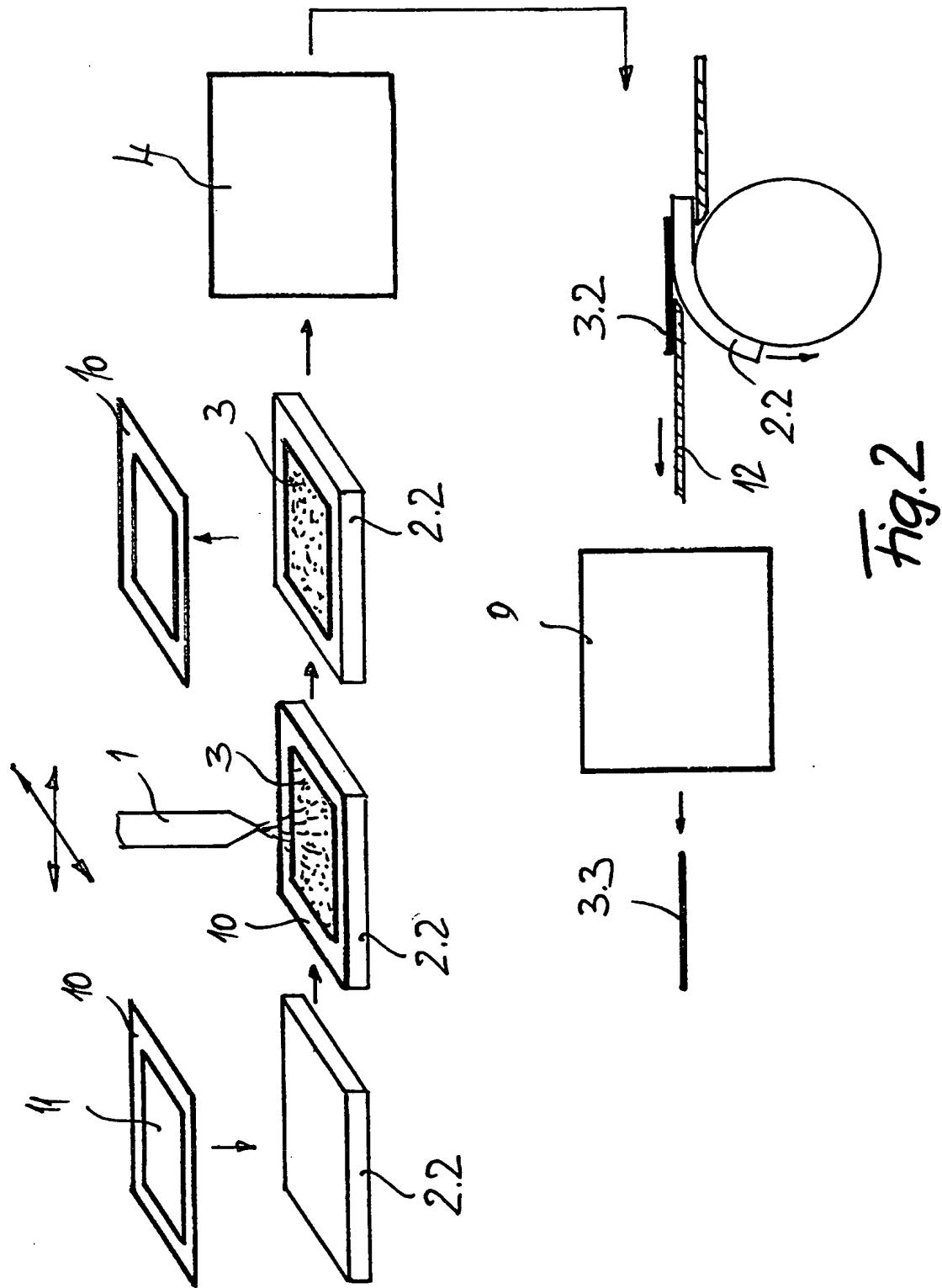


Fig. 1



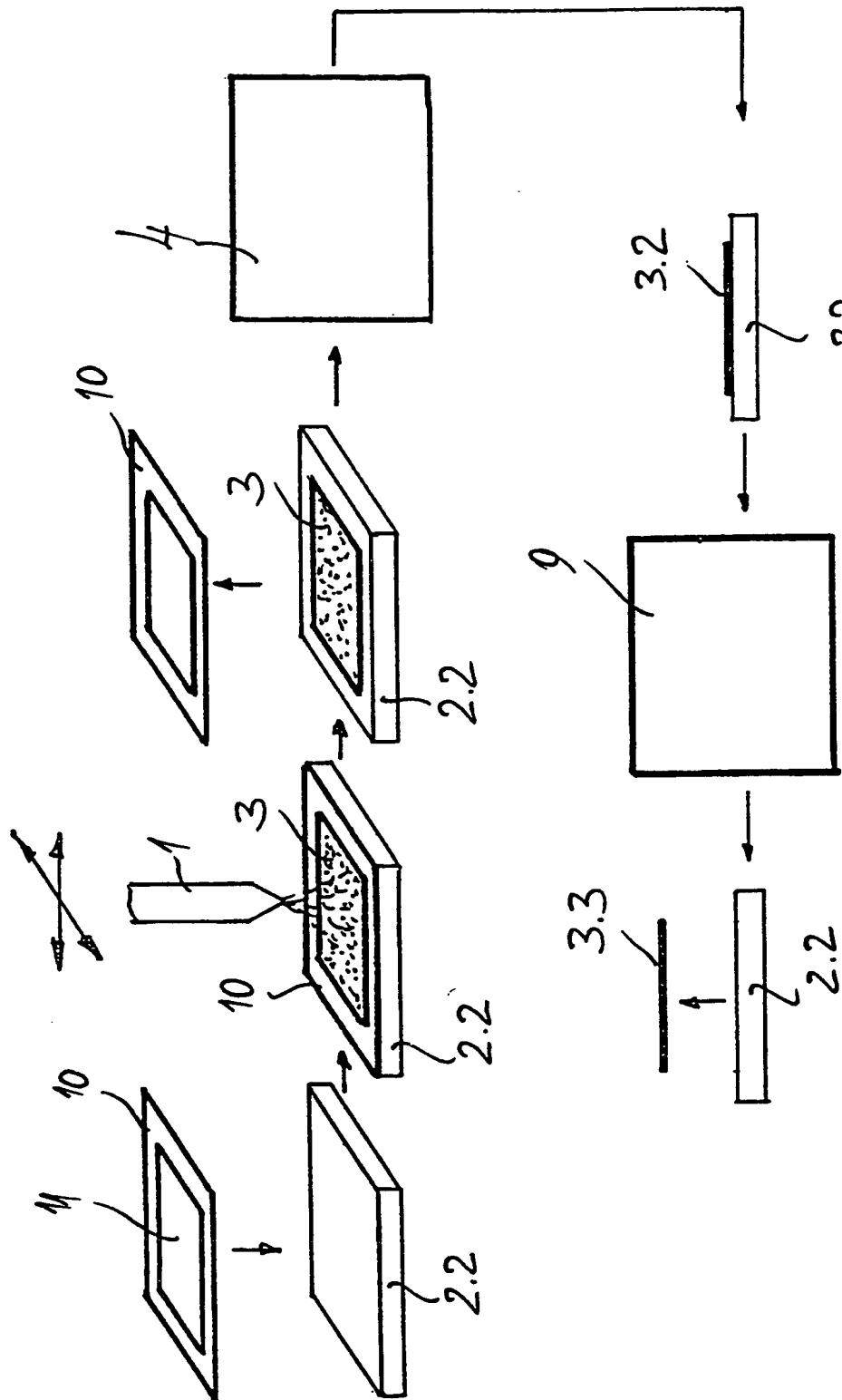


Fig. 3

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP 98/02254

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
IPC 6 C23C24/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
IPC 6 C23C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 006, no. 181 (M-156), 17 September 1982 & JP 57 088967 A (SHOWA ALUM CORP), 3 June 1982 see abstract & JP 57 088 967 A (SHOWA ALUM CORP) 3 June 1982 see page 335 - page 337 ---	1
X	US 5 592 686 A (THIRD CHRISTINE E ET AL) 7 January 1997 see column 4, line 40 - column 6, line 36; example 2 ---	1-3
X	US 3 855 638 A (PILLIAR R) 24 December 1974 see claims 1,9; example 1 ---	1
	-/-	

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

\* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

Date of mailing of the international search report

11 August 1998

19/08/1998

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Flink, E

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Int'l. Application No PCT/EP 98/02254
--

**C:(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 94 19510 A (MAUBEUGE FER ;BRETEZ MICHEL (FR)) 1 September 1994 see page 10, line 31 - page 13, line 6 ----	1,14
A	DE 23 23 878 A (UNION CARBIDE CORP) 21 November 1974 see claim 1 ----	1
A	EP 0 436 834 A (DEGUSSA) 17 July 1991 see column 3, line 2-40; claim 1 ----	1
A	FR 2 520 265 A (THERMO ELECTRON CORP) 29 July 1983 see page 2, line 5 - page 3, line 7 -----	1

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International Application No	
PCT/EP 98/02254	

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)		Publication date
US 5592686	A	07-01-1997	WO 9704905 A		13-02-1997
US 3855638	A	24-12-1974	CA 962806 A		18-02-1975
			DE 2127843 A		16-12-1971
			FR 2095854 A		11-02-1972
			CH 540044 A		28-09-1973
			GB 1316809 A		16-05-1973
WO 9419510	A	01-09-1994	FR 2701719 A		26-08-1994
			CA 2155420 A		01-09-1994
			EP 0685004 A		06-12-1995
DE 2323878	A	21-11-1974	NONE		
EP 0436834	A	17-07-1991	DE 4000302 C		25-07-1991
			CA 2033668 A		09-07-1991
			JP 5112419 A		07-05-1993
			US 5094689 A		10-03-1992
FR 2520265	A	29-07-1983	DE 3301794 A		04-08-1983
			JP 58129191 A		02-08-1983

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen  
PCT/EP 98/02254

**A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES**  
IPK 6 C23C24/08

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

**B. RECHERCHIERTE GEBIETE**

Recherchierte Mindestprässtoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 6 C23C

Recherchierte aber nicht zum Mindestprässtoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

**C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN**

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 006, no. 181 (M-156), 17. September 1982 & JP 57 088967 A (SHOWA ALUM CORP), 3. Juni 1982 siehe Zusammenfassung & JP 57 088 967 A (SHOWA ALUM CORP) 3. Juni 1982 siehe Seite 335 – Seite 337 ---	1
X	US 5 592 686 A (THIRD CHRISTINE E ET AL) 7. Januar 1997 siehe Spalte 4, Zeile 40 – Spalte 6, Zeile 36; Beispiel 2 ---	1
X	US 3 855 638 A (PILLIAR R) 24. Dezember 1974 siehe Ansprüche 1,9; Beispiel 1 ---	1-3
X	---	1
	-/-	

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfindenderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfindenderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann nahelegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

11. August 1998

19/08/1998

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Flink, E

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Internationales Aktenzeichen PCT/EP 98/02254
---

**C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN**

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 94 19510 A (MAUBEUGE FER ;BRETEZ MICHEL (FR)) 1. September 1994 siehe Seite 10, Zeile 31 - Seite 13, Zeile 6 ----	1,14
A	DE 23 23 878 A (UNION CARBIDE CORP) 21. November 1974 siehe Anspruch 1 ----	1
A	EP 0 436 834 A (DEGUSSA) 17. Juli 1991 siehe Spalte 3, Zeile 2-40; Anspruch 1 ----	1
A	FR 2 520 265 A (THERMO ELECTRON CORP) 29. Juli 1983 siehe Seite 2, Zeile 5 - Seite 3, Zeile 7 -----	1

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP 98/02254

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
US 5592686	A	07-01-1997		WO 9704905 A		13-02-1997
US 3855638	A	24-12-1974		CA 962806 A DE 2127843 A FR 2095854 A CH 540044 A GB 1316809 A		18-02-1975 16-12-1971 11-02-1972 28-09-1973 16-05-1973
WO 9419510	A	01-09-1994		FR 2701719 A CA 2155420 A EP 0685004 A		26-08-1994 01-09-1994 06-12-1995
DE 2323878	A	21-11-1974		KEINE		
EP 0436834	A	17-07-1991		DE 4000302 C CA 2033668 A JP 5112419 A US 5094689 A		25-07-1991 09-07-1991 07-05-1993 10-03-1992
FR 2520265	A	29-07-1983		DE 3301794 A JP 58129191 A		04-08-1983 02-08-1983